

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-289182

(43)Date of publication of application : 14.10.1992

(51)Int.Cl.

C23G 1/00

C30B 23/08

H01L 21/203

(21)Application number : 03-052471

(71)Applicant : NIPPON SANSO KK

(22)Date of filing : 18.03.1991

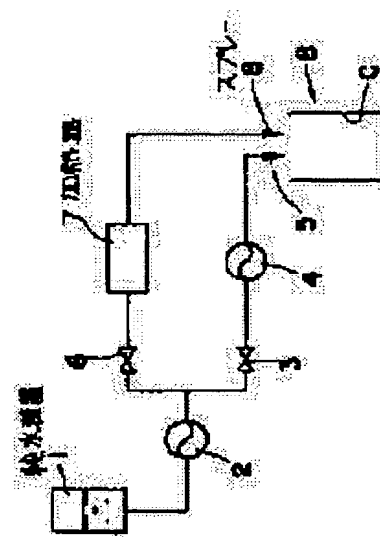
(72)Inventor : ISHIHARA YOSHIO

(54) VESSEL HAVING ELECTROPOLISHED SURFACE AND METHOD AND DEVICE FOR CLEANING THE VESSEL

(57)Abstract:

PURPOSE: To surely remove the metal salts, etc., remaining on the electropolished surface of the vessel, to reduce the degassing time and to degas the vessel at low temp. by making the surface hydrophobic.

CONSTITUTION: A valve 3 is opened, a valve 6 is closed, and the high-pressure pure water pressurized to $\geq 10\text{kg/cm}^2$ by pumps 2 and 4 is injected over the electropolished surface C of the vessel B from a spray 5. The valve 3 is then closed, the valve 6 is opened, a heater 7 is energized, and the high-pressure pure water is injected over the surface C to make it hydrophobic. Since the remaining metal salts, etc., are removed in this way, the evacuating characteristic is made better than usual even without low-temp. baking, and a specified vacuum is reached in a short time. Accordingly, the productivity is improved, and the experimenting time is reduced.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-289182

(43) 公開日 平成4年(1992)10月14日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 3 G 1/00		7308-4K		
C 3 0 B 23/08	M	9040-4G		
H 0 1 L 21/203	M	8422-4M		

審査請求 未請求 請求項の数4(全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平3-52471

(22) 出願日 平成3年(1991)3月18日

(71) 出願人 000231235

日本酸素株式会社

東京都港区西新橋1丁目16番7号

(72) 発明者 石原 良夫

神奈川県川崎市幸区塚越4-320 日本酸素株式会社内

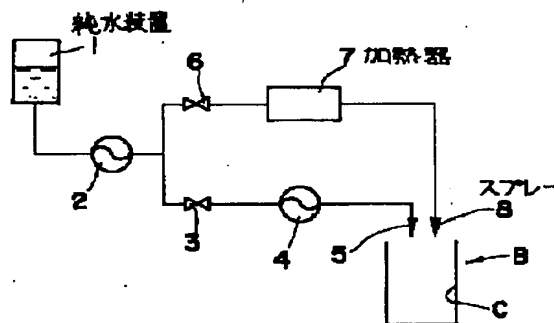
(74) 代理人 弁理士 木戸 一彦 (外1名)

(54) 【発明の名称】 電解研磨面を有する容器およびその洗浄方法と装置

(57) 【要約】

【目的】 電解研磨面に残存する金属塩等を確実に除去し、脱ガス時間の短縮や低温脱ガスを可能とする。

【構成】 容器Bの電解研磨面Cに、所望の圧力、温度の純水による加圧洗浄を行い、該面を疎水性表面にする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 内面に電解研磨面を形成してなる容器において、前記電解研磨面を疎水性表面にしたことを特徴とする電解研磨面を有する容器。

【請求項2】 電解研磨面に、所望の圧力の純水による加圧洗浄を行った後、洗浄面がウェットな内に、所望の温度の純水による温水洗浄を行うことを特徴とする電解研磨面の洗浄方法。

【請求項3】 電解研磨面に、所望の圧力、温度の純水による加圧洗浄を行うことを特徴とする電解研磨面の洗浄方法。

【請求項4】 所望の圧力の純水を噴射する装置に、前記純水を所望の温度に加温する加熱装置を設けたことを特徴とする電解研磨面の洗浄装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、内面に電解研磨面を形成してなる容器および電解研磨面の洗浄方法並びに洗浄装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 例えば、分子線エピタキシーは、 10^{-8} Pa以下の超高真空を形成した容器内で行われる。このような分子線エピタキシーに使用される容器では、近時は、容器の内面、即ち真空に接する表面に電解研磨処理を行うようになってきている。

【0003】 電解研磨処理とは、例えば容器の胴部、容器の上下を形成する頸部、あるいは、容器に連設する配管等の部品を、電圧を印加した状態で塩酸、硝酸等の酸に浸漬して表面の凹凸を溶解し、表面平滑化と表面不動態化を図るもので、単に酸に浸漬して行う他、酸に浸漬しつつ機械的な研磨を行うこともある。

【0004】 電解研磨処理後は、酸洗浄した洗浄面に水酸化ナトリウム等のアルカリ溶液を流して中和した後、純水で洗浄し、この後、洗浄面を乾燥させて終了する。なお、上記中和後の水洗で一般的な水道水を用いると、水道水に含まれる塩素等の不純物が電解研磨面に付着するので、前記のように純水を用いて洗浄する。

【0005】 前記分子線エピタキシーでは、電解研磨を終えた前記部品を用いて容器等を組み立てた後、容器等に400℃以上の高温ベーキングを行いながら真空排気を行い、所定の真空度にした後、分子線エピタキシャル成長を行う。なお、電解研磨した容器内で分子線エピタキシーを200～300回程度行くと、容器の内面に毒性の強い未反応生成物が固着し、清掃に手間がかかるとともに、清掃時の危険もあることから、このような場合には容器の内面を洗浄することなく、新しく電解研磨した容器を製造する。普通は、2年に1回程度新品と交換する。

【0006】

【考案が解決しようとする課題】 ところで、上記のよう

に、分子線エピタキシーでは、電解研磨した容器に400℃以上の高温ベーキングを行い、金属内面からの脱ガスを促進して迅速な真空排気を行っているが、近時の分子線エピタキシー用容器は、成長時の状態を観察して効果的な成長を行わせるために容器の形状が複雑になっている。このため、容器各部の温度を均一に昇温することは困難であり、高温部から離脱したガスが低温部に付着して真空排気に長時間を要し、生産性の低下、実験を行う際の実験期間の長期化等を招く不都合があった。

【0007】 また、近時の分子線エピタキシー用容器は、容器に各種の電子機器を設けることが増えたため、前記400℃のベーキングに耐えられず、200℃程度の低温ベーキングを行うか、若しくはベーキングなしで真空排気する必要が生じ、前記同様に真空排気に長時間を要する不都合があった。

【0008】 そこで本発明者は、前記不都合を解決すべく種々考究した。この結果、従来の容器では、内面に施した電解研磨面の表面が親水性になっており、この状態では、肉眼では目視できないが、電解研磨面に金属塩、無機塩等が残留しており、これら金属塩等から水分が脱離し、このため、容易に高真空にできないことを確認した。また、従来の純水による洗浄方法では、常温（10℃～30℃）の純水を、水道水程度の圧力（3kg/cm²以下）で噴霧する方法だったため、大部分の金属塩等は電解研磨面に残留し、親水性表面のままになっていることを確認した。

【0009】

【課題を解決するための手段】 上記事実に対し、本発明者は、電解研磨面を親水性表面から疎水性表面になるように洗浄すると、電解研磨面に残留していた金属塩等が除去されてベーキングなし、あるいは、低温ベーキングでも従来より遙かに短時間で所定の真空度に真空排気できることを知見した。

【0010】 また、電解研磨面に、所望の圧力の純水による加圧洗浄を行った後、洗浄面がウェットな（湿潤状態）内に、所望の温度の純水による洗浄を行うか、または、所望の温度、圧力の純水による洗浄を行うと電解研磨面を容易に疎水性表面にできることを知見した。

【0011】 本発明は前記知見に基づいてなされたもので、第1の構成は電解研磨面を有する容器に係り、内面に電解研磨面を形成してなる容器において、前記電解研磨面を疎水性表面にしたことを特徴とする。また、第2、第3の構成は電解研磨面の洗浄方法に係り、第2の構成は、電解研磨面に、所望の圧力の純水による洗浄を行った後、該洗浄面がウェットな内に、所望の温度の純水による洗浄を行うことを特徴とし、第3の構成は、電解研磨面に、所望の圧力で、かつ、所望の温度の純水によるスプレー洗浄を行うことを特徴とする。更に、第4の構成は、電解研磨面の洗浄装置に係り、所望の圧力の純水を噴霧する装置に、前記純水を所望の温度に加熱す

る加熱装置を設けたことを特徴とする。

【0012】

【作 用】第1の構成の容器によれば、電解研磨面を疎水性表面にしたので、電解研磨面に金属塩等がなく、水分が発生しないので、従来の容器より排気特性を向上させることができる。

【0013】第2の構成の洗浄方法によれば、純水の加圧洗浄により、電解研磨面に付着している粒径 $1\mu\text{m}$ 以上の金属塩等が運動エネルギーにより物理的に除去される。粒径 $1\mu\text{m}$ 未満の金属塩等については電解研磨面に対する吸着性が強いので前記加圧洗浄では完全には除去されないが、加圧洗浄による洗浄面が濡れている内に行われる温水洗浄により、 $1\mu\text{m}$ 未満の金属塩等は凝集することなくそのままの大きさで保持されて温水の濃度差による化学平衡力で化学的に効率良く除去される。なお、加圧洗浄面が乾燥すると微小な金属塩等は凝集して塊になり、温水洗浄では除去できなくなるので前記のようにウェットな状態で温水洗浄を行うことが重要である。

【0014】なお、本発明による洗浄方法における洗浄終了は、電解研磨面が親水性から疎水性に変化することで確認することができる。また、加圧洗浄終了は確認できないので試行錯誤により最適時間を決定する。

【0015】なお、上記において、所望の圧力の純水とは、少なくとも $10\text{kg}/\text{cm}^2$ 以上の圧力の純水を言う。電解研磨面に付着している $1\mu\text{m}$ 以上の粒径の金属塩等は少なくとも $10\text{kg}/\text{cm}^2$ 以上でない物理洗浄することはできない。

【0016】圧力は高いほど物理洗浄の効率が高まると共に純水の量を節約でき経済性が向上するが、圧力を高くすると、高圧にするためのポンプ等の加圧手段が高価になり、また、高圧に耐えるように耐圧性能を向上する必要があり、経済性が悪化してくる。また、人が洗浄を行う場合、あまりに高圧であると危険なので、実用的には、 $15\sim 30\text{kg}/\text{cm}^2$ 程度の圧力で洗浄することが望ましい。例えば、同程度の除去を行う場合、 $15\text{kg}/\text{cm}^2$ で噴霧したときは、 $20\text{kg}/\text{cm}^2$ で噴霧したときの1.5倍以上の噴霧時間を要する。

【0017】一方、純水の温度は、高いほど短時間で微小な金属塩等を溶解でき、化学洗浄の効率が高まると共に純水の量を節約でき経済性が向上するが、 100°C を超えると純水が沸騰し、高温蒸気が発生して人が作業する場合、危険なので実用的には 70°C 以上、望ましくは 80°C 以上とする。例えば、同程度の金属塩等を溶解する場合、 80°C の純水を用いたときは、 85°C の純水を用いたときに比べ流水時間が2倍になり、純水使用量も2倍必要となる。

【0018】第3の構成の洗浄方法によれば、加圧洗浄による物理洗浄と温水洗浄による化学洗浄が同時に行われる。加圧洗浄では除去困難な吸着力の高い微小な金属

塩等も化学洗浄により一部溶け出す間に吸着力が低下して物理洗浄されるので効果的に洗浄することができる。

【0019】第4の構成の洗浄装置によれば、加圧洗浄の後に加熱器を作動させれば前記第2の構成の洗浄方法を、また、加熱器を最初から作動させた状態で洗浄すれば前記第3の構成の洗浄方法を行うことができる。

【0020】

【実施例】以下、図面を用いて本発明の実施例を説明する。

【0021】図1は、本発明に係る洗浄装置の一例で、純水装置1内の純水は、第1ポンプ2で $2\text{kg}/\text{cm}^2$ 程度の圧力まで加圧された後、一方は弁3を介して更に第2ポンプ4で $15\text{kg}/\text{cm}^2$ 以上の圧力に昇圧されてスプレー5から噴射するよう構成され、他方は弁6を介して加熱器7に導入されて 80°C 以上の温度に加熱された後、スプレー8から噴射するよう構成されている。なお、純水装置1に代えて純水のタンクを用いることも可能である。

【0022】上記構成において、弁3を開、弁6を閉としてスプレー5から容器Bの電解研磨面Cに高圧の純水を噴射した後、弁3を閉、弁6を開として加熱器7を作動させ、容器Bの電解研磨面Cに高温の純水を噴射することにより、電解研磨面Cの表面を疎水性にすることができる。なお、上記洗浄装置では2個のスプレーを用いているが、第2ポンプ4の二次側と加熱器7の二次側を連結して同一のスプレーから噴射させることもできる。

【0023】図2は他の実施例で、純水装置1に加圧ポンプ9、加熱部7、スプレー10を直列に接続したもので、純水装置1内の純水は、加圧ポンプ9で所定の圧力に加圧された後、スプレー10から噴射される。このとき、加熱器7を作動して加圧ポンプ3から供給される純水を所望の温度にすれば、スプレー10から所望の温度、圧力の純水を噴射して洗浄を行うことができる。

【0024】次に、本発明の洗浄方法と従来の洗浄方法とを比較した結果を説明する。

【0025】まず、蓋を有する円筒容器を2組製作し、蓋と、容器本体とにそれぞれ電解研磨処理を行なった。なお、容器の材質はSUS304、内容積は $2.3\times 10^{-3}\text{m}^3$ 、内表面積は 0.6m^2 である。

【0026】電解研磨処理後、アルカリ溶液で中和し、一方の容器には、電解研磨面に 20°C の純水を $3\text{kg}/\text{cm}^2$ の圧力で10分噴射し、従来方法による洗浄を行った。このとき、洗浄面には水分が一面に付着していた。尚、洗浄時間を30分程度まで延長しても略同じような状態だった。次いで前記洗浄面に乾燥空気を吹き付けて乾燥した後、容器本体に蓋を気密に装着し、容器の蓋に、容器内の真空度を測定するための電離真空計(IG)と、容器内のガス成分を分析するための四重極形分圧真空計(QMS)を取り付け、さらに、容器本体の胴部に形成した排気管に、ターボ分子ポンプ、真空弁を介

してロータリーポンプを接続し、ベーキングを行わずに真空排気を行い排気特性を測定した。この結果を図3のPで示す。

【0027】また、他方の容器は、電解研磨処理後、アルカリ溶液で中和し、電解研磨面に 20 kg/cm^2 の圧力の純水を10分噴霧した後、 89°C の温純水を5分程度流した。このとき、温純水を流した後の洗浄面は、ところどころに微小の水滴が付着した状態であり、疎水性の表面になっていることを確認した。その後、前記同様に乾燥して容器を組み立て、同様に排気特性を測定した。この結果を図3のMで示す。

【0028】図から明らかなように、 10^{-6} Pa 台の高真空を得るための時間は、従来の洗浄方法を行った場合は約20時間であるのに対し、本発明の洗浄方法を行った場合は約1時間となった。この時間は、従来に比べて2桁以上短いものである。さらに、最小自乗法により排気特性を求めた傾きは、従来法で-1.1、本発明で-0.5となった。これは、真空容器内壁からのガス放出機構が異なることを示しており、従来法では表面脱離放出（電解研磨面に残留した金属塩等からの脱ガス）が支配的であるのに対し、本発明の洗浄方法では固体内拡散放出（金属内部からの脱ガス）が支配的であることを示している。なお、この時のガス成分のほとんどは水分であり、本発明の洗浄装置使用有無における違いは、金属表面に残存した金属塩、あるいは無機塩による影響が大きいことを示している。

【0029】排気後1000分経過した後の排気特性が同一であったとすると、本発明法により1000分に到達した真空度を従来法で達しようとする、さらに1万分程の排気時間を要する。このことから、本発明による

洗浄方法が極めて効果的であることが判る。

【0030】

【発明の効果】以上のように、本発明の容器によれば、容器内面の電解研磨面に疎水性表面を形成し、金属塩等の残留を排除したので、低温ベーキングまたはベーキングなしでも、従来より排気特性を向上させることができ、短時間で所定の真空度に到達させることができるので、生産性の向上、実験時間の短縮化を図ることができる。

【0031】また、本発明方法によれば、電解研磨面に効果的に疎水性表面を形成でき、排気特性を向上することができる。さらに本発明の洗浄装置によれば、本発明の洗浄方法を効果的に実施することができる。

【0032】なお、本発明は、真空を形成する容器だけでなく、電解研磨面からの水分の発生が極めて少ないので、標準ガス、高純ガス等の高品位のガスを充填するための容器、および該容器の洗浄方法としても利用でき、一般に内部に電解研磨処理を行う任意の容器、管、弁等の部品にも適用でき、応用範囲が広いものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明装置の一実施例を示す系統図である。

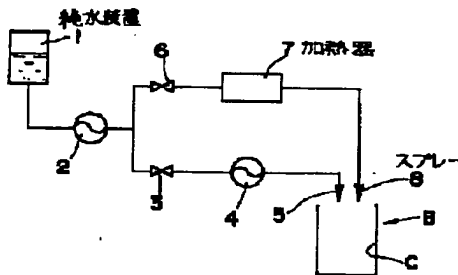
【図2】 本発明装置の他の実施例を示す系統図である。

【図3】 排気特性を測定した結果を示す図である。

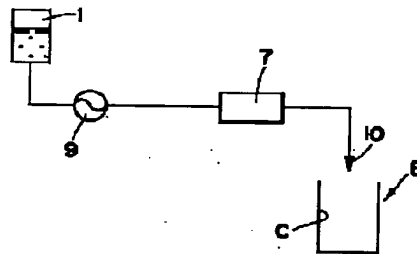
【符号の説明】

1…純水装置 2…第1ポンプ 3, 6…弁
4…第2ポンプ 5, 8, 10…スプレー
加熱器 9…加圧ポンプ B…容器 C…電解研磨面

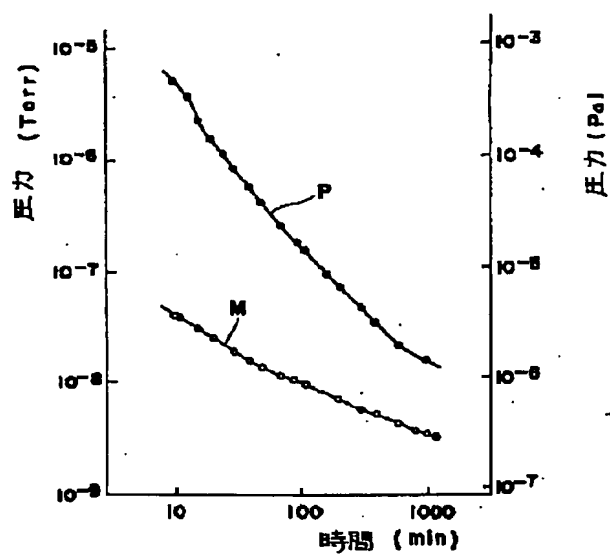
【図1】



【図2】



【図3】





PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 63-196322

(43)Date of publication of application : 15.08.1988

(51)Int.Cl.

B23H 5/00

B23H 5/08

(21)Application number : 62-025464

(71)Applicant : KOBE STEEL LTD

(22)Date of filing : 05.02.1987

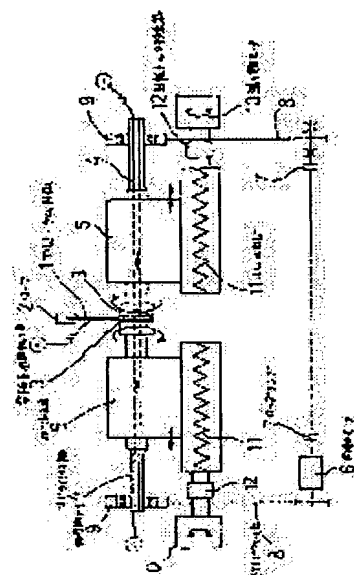
(72)Inventor : ISODA SHIGEO
MOTONISHI SUGURU

(54) ROTARY TOOL RETRACTING METHOD IN ELECTROLYTIC COMBINED MIRRORED-SURFACE POLISHING

(57)Abstract:

PURPOSE: To prevent a surface to be machined from being subjected to defects such as scratching, white-marking and the like by rapidly retracting an electrode and rotary tool from a disc in the direction perpendicular to the surface of a workpiece after completion of polishing of the disc, and by cutting off an applied voltage in a short time.

CONSTITUTION: An aluminum disc 1 is supported in a vertical attitude by rollers 2 located at three positions along the periphery of the disc, and is rotated while it is electrically connected to one pole of a power source. Electrode and rotary tools 3 each having a resilient unwoven fabric surface as a polishing pad are attached to the forward ends of splined shafts 4, being opposed to both surfaces of the disc 1, and are rotatably supported on spindle beds 5. The electrode and rotary tool 3 which is connected to and energized by the other pole of the power source is pressed against a surface to be machined of the disc 1 while machining liquid and abrasive are fed to the surface to be machined of the disc, and therefore, electrolytic combined mirrored-surface polishing is carried out. The retraction of the tool 3 from the disc is smoothly made at a fast retracting speed since a ball-and-screw jack is used for feeding the tool. Further, the voltage is cut-off in a short time by means of a circuit breaker.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

THIS PAGE BLANK (USPTO)